

② BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

② Offenlegungsschrift

② DE 3342766 A1

② Int. Cl. 3:

C 08 F 8/42

C 08 F 38/04

C 08 F 30/08

C 08 L 15/00

C 09 D 3/82

C 09 D 3/36

C 09 K 3/10

H 01 B 3/30

③ Unionspriorität: ② ③ ①

25.11.82 FR 8219745

② Anmelder:

Brossas, Jean André, Prof., 67000 Straßburg, FR

④ Vertreter:

Abitz, W., Dipl.-Ing.Dr.-Ing.; Morf, D., Dr.;  
Gritschneider, M., Dipl.-Phys.; Frhr. von  
Wittgenstein, A., Dipl.-Chem. Dr.phil.nat., Pat.-Anw.,  
8000 München

② Erfinder:

Brossas, Jean André, Prof., 67000 Straßburg, FR;  
Friedmann, Gilbert, 67200 Straßburg, FR

④ Vernetzbares flüssiges Harz auf Polyolefinbasis, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung

Beschrieben wird ein vernetzbares flüssiges Harz, das Polydienketten enthält, die anhängende Doppelbindungen tragen; diese Ketten weisen endständige Silanwasserstoffgruppen auf. Beschrieben wird auch die Herstellung, die darin besteht, einen Halogensilanwasserstoff vom Typ  $R_nXSiH_{3-n}$ , worin R eine Kohlenwasserstoffgruppe ist, n 1 oder 2 ist, und X ein Halogen ist, auf eine Lösung des sieben-Dienpolymeren, das heißt, das noch Alkalimetallatorne trägt, die zu seiner Bildung ausgehend von einem konjugierten Dien dienten, einwirken zu lassen. Beschrieben wird auch die Verwendung der Harze, beispielsweise als Klebstoff.

DE 3342766 A1

ORIGINAL INSPECTED

BUNDESDRUCKEREI 04. 84 408 022/583

8/70

DE 3342766 A1

W. Abitz  
Dr.-Ing.

D.F. Morf  
Dr. Dipl.-Chem.

M. Grischneider  
Dipl.-Phys.

A. Frhr. von Wittgenstein  
Dr. Dipl.-Chem.

Abitz, Morf, Grischneider, von Wittgenstein, Postfach 86 01 09, D-8000 München 86

Postanschrift/Postal Address  
Postfach 86 01 09  
D-8000 München 86

25. November 1983

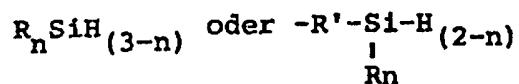
BRO-1

Professor Jean André BROSSAS  
21 rue d'Oslo  
F-67000 Straßburg, Frankreich

Vernetzbares flüssiges Harz auf Polyolefinbasis, Verfahren  
zu dessen Herstellung und dessen Verwendung

Patentansprüche

1. Vernetzbares flüssiges Harz, enthaltend Polydienketten, die anhängende Doppelbindungen bzw. in seitlichen Gruppen enthaltene Doppelbindungen tragen, dadurch gekennzeichnet, daß diese Ketten endständige Silanwasserstoffgruppen aufweisen.
2. Harz nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Silanwasserstoffgruppe vom Typ



1 ist, worin R ein Alkyl, Cycloalkyl, Alkenyl, Aryl, Alkylaryl oder Arylalkyl, vorzugsweise ein Alkyl mit C<sub>1</sub> bis C<sub>6</sub> ist, und R' eine der vorstehenden Gruppen, die substituiert bzw. zweiwertig ist, bedeutet.

5 3. Harz nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß seine Polydienkette von Butadien, Isopren, 2,3-Dimethylbutadien, Pentadien-1,3, 2-Methyl-pentadien-1,3 oder 4-Methylpentadien stammt.

10 4. Harz nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Polydienkette Gruppen eines anderen polymerisierbaren Monomeren, insbesondere eines acrylischen, methacrylischen oder auf Styrolbasis aufweist.

15 5. Harz nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es mit einem Polysiloxan-Disilan-Oligomeren versetzt ist.

20 6. Harz nach einem der Ansprüche 1 bis 5, in gehärteter Form, durch Vernetzen unter Einwirkung eines Katalysators oder von Strahlung.

25 7. Verfahren zur Herstellung eines Harzes gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Halogensilanwasserstoff vom Typ R<sub>n</sub>XSiH<sub>(3-n)</sub>, worin R eine Kohlenwasserstoffgruppe darstellt, n 1 oder 2 ist, und X ein Halogen darstellt, auf eine Lösung des "lebenden" Dienpolymeren, das heißt, das noch Alkalimetallatome trägt, die zu seiner Bildung ausgehend von einem konjuguierten Dien dienten, einwirken läßt.

30 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß R ein Alkyl, Cycloalkylalkenyl, Aryl, Aralkyl, Alkaryl ist, die Substituenten tragen können, und vorzugsweise ein Alkyl mit C<sub>1</sub> bis C<sub>6</sub>, wobei das Halogen X vorzugsweise Chlor darstellt.

-3-

BRO1

- 1 9. Verfahren nach Anspruch 7 od r 8, dadurch gekennz ich-  
net, daß das vernetzbar flüssige Harz aus seinem Her-  
stellungsmedium durch Zusatz eines Nichtlösungsmitt ls,  
insbesondere von Methanol, abgetr nnt wird.
- 5 10. Verwendung des Harzes nach einem der Ansprüche 1 bis  
5 zum Verleimen, bzw. als Klebemittel, für Abdichtun-  
gen bzw. Dichtungsmittel, Auskleidungen oder ähnliche  
Anwendungszwecke, durch Einarbeiten eines Katalysators,  
10 insbesondere von Chlorplatinsäure, vor dem Aufbringen,  
in das Harz und anschließendes Halten bei Umgebungs-  
temperatur bis 120 °C während der zur Härtung benötig-  
ten Zeit.
- 15 11. Verwendung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Katalysator eine Säure, eine Base, insbesondere  
ein Amin oder ein Cu-Aminkomplex, ein Peroxid, eine  
Bisazoverbindung ist, oder die Katalyse durch Ultra-  
violett- oder gamma-Strahlung bewirkt wird.

20

25

30

35

1 Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Herstellung bestimmter flüssiger vernetzbarer Harze, die aus konjugierten Polydienen aufgebaut sind, deren Ketten mit reaktiven Funktionen terminiert sind, die eine Vernetzung des Harzes ermöglichen. Sie betrifft insbesondere flüssige Polymere mit relativ geringem Molekulargewicht, von Diolefinen, die endständige Silangruppen tragen, die durch Vernetzung mittels einer sehr geringen Menge eines Katalysators gehärtet werden können, ohne daß ein Vernetzungsmittel benötigt wird.

Die neuen erfindungsgemäßen Harze sind für verschiedene Anwendungszwecke geeignet, insbesondere als Klebemittel, Bindemittel, Firnis, Lacke, Anstrichmittel, wärmehärtbare Materialien für das Formen bzw. Formpressen, isolierende Auskleidungen, insbesondere für elektrische Vorrichtungen, Verbundmaterialien, hergestellt aus dem Harz und Füllstoffen, wie Glasfasern, Kohlenstofffasern, Borfasern, Metallpulver, Glaskugeln, Flugasche.

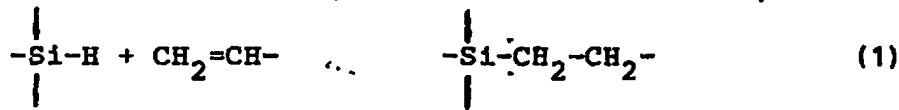
Es sind zwar flüssige vernetzbare Harze auf Dienbasis bekannt und sie werden für Verwendungszwecke wie die vorstehend aufgeführten verwendet, jedoch ist ihre Vernetzung zur Erzielung Hochpolymerer eine mehr oder weniger schwere und teure Arbeit. Tatsächlich muß man, um ein derartiges bekanntes Harz zu härten, ein spezielles Vernetzungsmittel anwenden, das mit den endständigen Funktionen des flüssigen Polymeren reagieren kann. Mit anderen Worten muß eine dritte vernetzende Verbindung mit dem flüssigen Harz zu dem Zeitpunkt vermischt werden, zu dem eine Härtung erfolgen soll. In den speziellen Fällen, wo die endständigen Funktionen des flüssigen Polymeren ungesättigte Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindungen aufweisen; erfolgt, wenn das Vernetzungsmittel nicht unerlässlich ist, eine langsame Reaktion und das flüssige Polymere muß über 100 °C

1 während einer ausreichend langen Zeit erwärmt werden, wo-  
durch die Verwendung dieser Produkte beschränkt wird.

Durch die Erfindung wird eine Verbesserung bereitgestellt,  
5 durch die die vorstehend aufgezeigten Schwierigkeiten des  
Stands der Technik überwunden werden. Sie ermöglicht die  
Vernetzung eines flüssigen Polymeren ohne Zusatz irgend-  
eines Vernetzungsmittels in Anwesenheit geringer Katalysa-  
toranteile. Dieses Ergebnis wird durch Verwendung von Dien-  
10 polymeren erzielt, deren Ketten zwei Arten von entgegen-  
gesetzt wirkenden Funktionen aufweisen, die gleichzeitig  
als Vorläuferpolymeres für das zu bildende makromolekulare  
Netzwerk und als Vernetzungsmittel dienen.

15 Somit ist das erfindungsgemäße flüssige Harz dadurch gekenn-  
zeichnet, daß es aus einer Polydienkette besteht, deren  
reaktive endständige Funktionen aus Silanwasserstoffgruppen  
gebildet werden und worin die anhängenden bzw. seitlichen  
bzw. in Seitengruppen enthaltenen Doppelbindungen längs der  
20 Kette verteilt sind.

Die Kombination der Silanwasserstoffgruppen mit diesen  
Doppelbindungen führt zu der gewünschten Vernetzung nach  
an sich bekannter Reaktion (J. L. Speier, R. Zimmerman,  
25 J. Webster - J. Amer. Chem. Soc. 78, 2278 (1956); J. L.  
Speier, J.A. Webster, G.H. Barnes - J. Amer. Chem. Soc.  
79, 974 (1957))



30 Da die Synthese flüssiger Polydiene bekannt ist, ist es  
nicht notwendig, sie hier zu beschreiben, es sei lediglich  
erwähnt, daß die erfindungsgemäßen Harze auf verschiedenen  
konjugierten Dienen basieren können, die mindestens eine  
35 Vinyl- oder Propenylgruppe tragen; besonders geeignet sind  
flüssige Polymere von Diolenfinen wie Butadien, Isopren

1 2,3-Dimethylbutadien, Pentadien-1,3, 2-Methylpentadien-1,3,  
4-Methylpentadien-1,3, usw.

5 Die Erfindung betrifft auch Copolymeren derartiger konjugierter Diene mit anderen Monomeren, insbesondere mit  
Alkylacrylaten oder -methacrylaten, Acrylnitril oder Methacrylnitril, Styrol, Methylstyrol usw. Das erfindungsgemäße  
flüssige Harz muß reich an anhängenden bzw. seitenständigen Doppelbindungen sein, beispielsweise in 1,2-Bindung  
10 im Fall von Butadien oder in 3,4- und 1,2-Bindung im Fall von Isopren.

15 Die Erfindung betrifft auch Polykondensate, erhalten durch Kupplungsreaktion und Sequenzbildung zwischen einem dicarboanionischen Polydien und Polysiloxanen, Alkylethern,  $\alpha,\omega$ -Dihalogenpolymethylenen oder Dihalogensilanen, Dihalogenalkylethern ..., um der Kette später bei der Vernetzung  
eine Geschmeidigkeit zu verleihen.

20 Die endständigen reaktiven Funktionen bestehen erfindungsgemäß aus Silanwasserstoff- bzw. Hydrogensilangruppen, wie in der vorstehend angegebenen Formel (1) gezeigt.

25 Die Bindung der Silangruppen an das flüssige Polydien erfolgt durch Einwirken eines Mono- oder Dihalogensilanwasserstoffs auf eine Lösung des "lebenden Polymeren", das heißt, eine Lösung, die von der Herstellung dieses Polymeren stammt und noch den alkalischen Polymerisationsinitiator enthält.

30 Es sei hierzu daran erinnert, daß flüssige Polydiene in einem Lösungsmittel in Anwesenheit eines Alkali- oder Erdalkalimetalls, insbesondere von Lithium oder Natrium, hergestellt werden können. Das Lösungsmittel kann beispielsweise Tetrahydrofuran, Dioxan, ein aliphatischer oder aromatischer Ether usw. sein, wobei das Alkalimetall in

BRO1

-7-

1 metallisch r Form oder in Form iner organischen Kombination vorli gt, b ispielsw ise Naphthalinlithium oder Naphthalinnatrium, Anthracenlithium, T trameres von  $\alpha$ -M thylstyryllithium, Dim r s von Diphenylethylenlithium.

5 Der Zusatz eines Mono- oder Dihalogensilanwasserstoffs zu der L sungs des lebenden Polydiens f hrt zu dessen Entaktivierung unter Bindung der Silanwasserstoffgruppe an die Enden der Kette des Dienoligomeren.

10 Vorzugsweise wird der Halogensilanwasserstoff in einem leichten molaren Uberschu , insbesondere in einem Uberschu von etwa 10 bis 20 %, zugesetzt.

15 Die Halogensilanwasserstoffe, die zur Durchf hrung der Erfindung geeignet sind, k nnen dargestellt werden durch die Formel

$$R_n X-SiH_{(3-n)} \quad R_{(n)}^n$$

$$X-R'-Si-H_{(3-n)}$$

20 worin R ein Alkyl, Cycloalkyl, Alkenyl, Aryl, Alkylaryl oder Arylalkyl ist, oder ihre veretherten: alkoxylierten Derivate, die gegebenenfalls substituiert sind, wobei X ein Halogen darstellt und n eine ganze Zahl von 1 oder 2 bedeutet und R' ein substituiertes Alkylen, Alkylen, 25 Cycloalkylen, Cycloalkyliden, Phenyliden, Aryliden, substituiert oder unsubstituiert, oder eine beliebige Kombination der vorstehenden Reste ist. Es k nnen sehr unterschiedliche Alkyle insbesondere mit  $C_1$  bis  $C_{30}$ , die linear oder verzweigt sind, Teile dieser Verbindung sein; ausgezeichnete Ergebnisse werden erhalten mit

30  $C_1-C_6$ -Alkylen, die insbesondere linear sind; diese Alkyle k nnen Arylsubstituenten tragen; im Falle von  $R_2$  k nnen die beiden R voneinander verschieden sein. Die Halogene X k nnen F, Cl, Br oder I und insbesondere Cl oder Br sein.

35 Die Silanverbindungen, die gut zur Durchf hrung der

BR01

-8-

1 Erfindung sind, sind beispielsweise Dimethylchlorsilan,  
 Diethylchlorsilan, Methylchlorsilan, Ethylchlorsilan usw.  
 Da die Bindungsreaktion der Silangruppen an die Enden der  
 Kette in dem gleichen Lösungsmittel durchgeführt werden  
 5 kann, das zur Herstellung des Polydiens diente, ist es  
 nicht notwendig, letzteres vor seiner Reaktion mit dem  
 Silanreagens zu isolieren. Das vorstehend genannte Lösungs-  
 mittel Tetrahydrofuran ist bevorzugt, jedoch kann die Reak-  
 tion auch in anderen Medien durchgeführt werden, beispiels-  
 10 weise in Diethyl-, Diisopropyl-, Dibutyl-, Diamyl-ethern  
 oder Diphenylethern; geeignet sind auch Anisol, Dimethyl-  
 anilin, Diphenylsulfid, aliphatische, naphthenische und  
 aromatische Kohlenwasserstoffe und ihre Gemische; sie kön-  
 15nen je nach ihrer Verträglichkeit mit der zur Polymerisa-  
 tion des Dien verwendeten Alkalimetallverbindung verwen-  
 det werden.

Die Herstellung des "lebenden Polymeren" ausgehend von ei-  
 nem Dien in Anwesenheit eines Alkalimetalls erfolgt bei  
 20 niedriger Temperatur von -70 bis +20 °C. Die Bindung der  
 Silangruppen erfolgt bei einer Temperatur unter Null, ins-  
 besondere bei -70 bis -50 °C. Vorzugsweise wird der Zusatz  
 des Halogensilanwasserstoffs nach und nach unter Rühren  
 bewirkt.

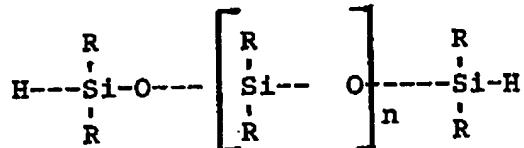
25 Für die Anwendung des so hergestellten flüssigen Polydien-  
 disilan-harzes ist es bevorzugt, jedoch nicht notwendig,  
 dieses Harz aus seinem Herstellungsmedium auszufällen,  
 durch Zusatz eines Nichtlösungsmittels nach dem Konzentrie-  
 ren; dieses kann vorteilhaft Methanol sein. Wenn das Harz  
 30 nicht ausgefällt wird, kann das Lösungsmittel verdampft und  
 das Konzentrat als solches verwendet werden. Zu dem für  
 eine vorgesehene Verwendung, beispielsweise eine Versiege-  
 lung, bestimmten Harzanteil fügt man den Vernetzungskataly-  
 sator, insbesondere eine Platinverbindung, oder gegebenen-  
 35 falls ein Amin, einen Kupferaminkomplex, ein Peroxid, eine

BRO1

-9-

1 Bisazoverbindung, eine Säur oder eine Base. Wenn man eine  
 5 Platinverbbindung verwendet, wie Hexachlorplatinsäure, so  
 muß die Konzentration 10 bis 1000 ppm, bezogen auf das  
 Gewicht, vorzugsweise 20 bis 100 ppm, betragen. Die Kata-  
 lyse kann auch durch Ultraviolett- oder gamma-Strahlung  
 10 erzielt werden. Das mit dem Katalysator versetzte Harz  
 kann nach dem Einsatz an seinem Verwendungsort erwärmt wer-  
 den, um die Vernetzung zu beschleunigen, beispielsweise  
 auf 50 bis 100 °C, jedoch kann der Arbeitsgang auch bei  
 15 Umgebungstemperatur durchgeführt werden.

Das erfindungsgemäße vernetzbare Harz ist zur Herstellung  
 hochqualitativer Klebemittel geeignet, jedoch ist es auch  
 möglich, der Formulierung andere Vernetzmittel zuzu-  
 setzen, wie disilanierte Polysiloxane vom Typ



20

Die folgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfin-  
 dung, ohne sie zu beschränken.

25 Aufgrund ihrer außergewöhnlichen Klebeeigenschaften an  
 Glas sind die Harze besonders geeignet zur Anwendung vom  
 Kleben von Glas selbst oder zur Herstellung von Verbund-  
 materialien, die Füllstoffe enthalten, wie lange oder  
 geschnittene Glasfasern, Glaskugeln oder Flugaschen.

30

Die Harze können auch als Bindemittel für pulverförmige  
 Materialien, wie Metallpulver (Zn, Fe, Al, Ferrit für die  
 Herstellung von Magneten, usw.) dienen.

35

1 Beispiel 1

In einem Reaktor, der 300 ml wasserfreies Tetrahydrofuran enthält, fügt man unter einer Atmosphäre von trockenem Argon bei  $-80^{\circ}\text{C}$  7,6 g (0,05 Mol) Naphthalinlithium und anschließend nach und nach 30 g Butadien durch Kondensieren von gasförmigem Butadien in das gekühlte Reaktionsmedium ein. Nach 3-stündiger Reaktion fügt man zu der so gebildeten Polybutadienyl-di-lithium-lösung eine Lösung von 5,7 g (0,06 Mol) Dimethylchlorsilanwasserstoff

$$(\text{CH}_3)_2\text{ClSiH}$$

in 200 ml Tetrahydrofuran. Dieses Einführen erfolgt tropfenweise aus einem Tropftrichter, wobei der Inhalt des Reaktors bei  $-70$  bis  $-50^{\circ}\text{C}$  gehalten wird. Der Arbeitsgang dauert 2 Stunden.

Der Hauptteil des Lösungsmittels wird dann verdampft und zu der konzentrierten Lösung fügt man Methanol, wodurch eine Ausfällung einer viskosen Masse von koaguliertem Polymerem erzielt wird. Letzteres wird anschließend erneut in Benzol gelöst und wieder mit Methanol ausgefällt.

Die Anwesenheit von endständigen  $-\text{SiH}$ -Gruppen in dem erhaltenen Harz lässt sich durch Auftreten einer Bande bei  $2100 \text{ cm}^{-1}$  im Infrarotspektrum dieses Produkts feststellen.

2 Beispiel 2

Zu 100 g Polybutadien-disilan, hergestellt nach Beispiel 1, fügt man 8,28 mg Hexachlorplatinsäure in Form einer Lösung von 0,02 Mol pro Liter Isopropylalkohol; mit anderen Worten werden 0,8 ml dieser alkoholischen Lösung zu dem Polybutadien-disilan gefügt. Anschließend wird das Harz 30 Minuten auf  $80^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Sein Vernetzungsgrad wird anschließend durch Messung des Volumen-Quellungsgrades in Benzol bewertet, der 6,5 beträgt (was das Volumenverhältnis

1 des mit Lösungsmittel gequollenen Polymer n zum Volum n des trockenen Polymeren darstellt), sowie durch den Prozentsatz des mit diesem Lösungsmittel extrahierbar n Polymeren, der als etwa 3,5 % gefunden wird.

5

Beispiel 3

Anwendung des nach Beispiel 1 hergestellten Harzes zum Kleben

10

Man bringt zwischen Glasplatten von 5 cm Länge, 2,5 cm Breite und 0,5 cm Dicke eine winzige Harzschicht ein, die 0,1 mg Hexachlorplatinsäure pro Gramm Harz enthält. Die Probe wird 30 Minuten bei 80 °C gehalten, worauf man sie auf Umgebungstemperatur abkühlen lässt.

15

Die so gebildete Klebefuge ist perfekt transparent und ihre Scherfestigkeit beträgt 22 kg/cm<sup>2</sup>.

20

Die zwei Platten von 5 x 2,5 cm werden auf eine andere mit einer Bedeckungsfläche von 6,25 cm<sup>2</sup> geklebt. Man verwendet einen Druck auf die beiden Außenseite der zwei Platten an und misst die zur Trennung der beiden Platten notwendige Druckkraft, das heißt, die Bruchbeständigkeitsskraft der Scherwirkung.

25

Beispiele 4 bis 10

30

Leimungen unterschiedlicher Materialien werden durch Vernetzen eines Harzes bewirkt, das aus einem Gemisch von Polybutadien-disilan-oligomeren gemäß Beispiel 1 besteht, wo von 100 g mit 112,5 g Polysiloxan-disilan-oligomeren vom Typ H-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-O<sub>n</sub>-Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>H mit n über oder gleich 1 vermischt werden. Das Verhältnis C=C/SiH des Gemisches beträgt vorzugsweise 1. Zum Zeitpunkt des Klebens oder einige Zeit vorher bringt man in das Harz 10,5 mg

1 Hexachlorplatinsäure ein. Eine winzig Schicht dieser Zusammensetzung wird zwischen zwei Platten der nachstehend aufgeführt führt n Materialien mit Abmessungen von 5 x 2,5 cm ausgetragen.

5 Nach der Vernetzung während der nachstehend angegebenen Zeit und Temperatur bestimmt man die Scherfestigkeit.

	Beispiel	Temperatur (°C)	Zeit	Scherfestigkeit (kg/cm²)
10	4 Glas/Al	80	24 h	65
	5 Al/Al	80	24 h	55
	6 Polyvinylchlorid/ Polyvinylchlorid	80	24 h	7
15	7 Glas/Glas	80	24 h	100
	8 Glas/Glas	20	500 h	13,5
	9 Glas/Glas	120	3 h	100
	10 vor dem Kleben	100	2 mn (	82
20	nach dem Kleben	100	40 nm (	

Beispiele 11 bis 15

Nach der Arbeitsweise von Beispiel 1 stellt man eine Reihe von erfindungsgemäßen Harzen mit anderen Silanen anstelle des Dimethylchlorsilanwasserstoffs her. Die Reaktion dieser Silane mit Butadienyl-Li erfolgt bei -50 °C.

Die folgende Tabelle zeigt die Zusammensetzungen und die Mengen des in jedem Falle verwendeten Silans entsprechend etwa 0,06 Mol.

BRO1

-13-

1	<u>Beispiel</u>	<u>Silan</u>	<u>Gramm</u>
11		$n.(C_3H_7)_2ClSiH$	9
12		$C_2H_5ClSiH_2$	5,7
13		$n.C_5H_{11}ClSiH_2$	8,2
5 14		$C_6H_{11}ClSiH_2$ (Cyclohexyl)	9
15		$C_6H_5ClSiH_2$	8,6

Die Ergebnisse sind ähnlich denen der Beispiele 1 und 2.

10

Beispiel 16

Herstellung eines Verbundmaterials auf der Basis von langen oder kurzen Glasfasern

15

Man vermischt 11,2 g Harz mit 12,6 g Tetramethyldihydrogeno-disiloxan. Man fügt dann 3,65 g Glasfasern zu, bereitet ein homogenes Gemisch und fügt dann 100  $\mu$ l Hexachlorplatsäure als Lösung in Isopropanol, die  $2,07 \cdot 10^{-2}$  Mol  $\cdot l^{-1}$  Säure enthält, zu. Das Ganze wird 24 Stunden auf 80 °C erwärmt.

20 Man erhält ein Verbundmaterial, das mit 14 % Glasfasern gefüllt ist, und industriell verarbeitet werden kann. Es kann als Verbindungs- bzw. Dichtungsmaterial zwischen verschiedenen Oberflächen Verwendung finden.

Beispiel 17

30 Herstellung eines Verbundmaterials auf der Basis von Metallpulvern ("flüssige Metalle")

35 In ein Gemisch von 6,38 g Harz und 7,18 g Tetramethyldihydrogeno-disiloxan fügt man 45  $\mu$ l der im Beispiel 16 verwendeten Katalysatorlösung. Nach dem Homogenisieren fügt man 72,5 g Zinkpulver zu: Man erhält eine Paste, die man

- 1 1 Stunde oder länger bei 80 °C hält. Das erhaltene Material enthält 84,25 % Metall (man kann das Zink durch Fe oder Al ersetzen). Die H-Härte des Materials wird nach der Norm DIN 53 456 bestimmt:
- 5 H = 5 kg/mm<sup>2</sup> nach 10 Sekunden  
H = 4 kg/mm<sup>2</sup> nach 60 Sekunden.

Beispiel 18

- 10 Herstellung eines syntaktischen Schaums auf der Basis von Glasmikrobällen

In 19 g Harz fügt man 21,3 g Tetramethyldihydrogeno-disiloxan. Man bereitet daraus ein homogenes Gemisch, in das man 15 160 µl der Katalysatorlösung von Beispiel 16 einbringt. Zu dieser Zusammensetzung fügt man 13 g Glasmikrobällchen bzw. Mikroballone. Man hält das Ganze 72 Stunden bei 20 °C und beendet die Reaktion durch 3-stündiges Erwärmen bei 80 °C.

- 20 Man erhält ein weißes Verbundmaterial "Harz/Glashohlkugeln", das mit 24 % Mikrobällchen gefüllt ist, mit einer Dichte von 0,449. Dieses Produkt kann als Verbindungs- bzw. Dichtungsmaterial zwischen verschiedenen Materialien dienen.

25

Beispiel 19

Man wiederholt das Beispiel 18, jedoch unter Ersatz der Mikrobällchen durch 29,8 g Flugasche.

30

Man erhält ein graues Verbundmaterial, das mit 42,5 % Asche gefüllt ist, dessen Dichte 0,616 beträgt. Dieses Produkt ist als Verbindungs- bzw. Dichtungsmaterial zwischen verschiedenen Materialien geeignet.

35